

Spesifikasi poli-aluminium klorida untuk pengolahan air



DAFTAR ISI

	Halaman
Daftar Isi	i
1. Ruang lingkup	1 dari 33
2. A c u a n	1 dari 33
3. M u t u	1 dari 33
4. Metode pengambilan contoh	1 dari 33
5. Cara pengujian	1 dari 33
5.1 Bahan-bahan yang berkaitan	2 dari 33
5.2 Berat Jenis	2 dari 33
5.3 Aluminium oksida	2 dari 33
5.4 Kebasaan	4 dari 33
5.5 pH	6 dari 33
5.6 Ion-sulfat	7 dari 33
5.7 N-ammonia	8 dari 33
5.8 Arsen	10 dari 33
5.9 Besi	12 dari 33
5.10 Mangan	14 dari 33
5.11 Kadmium	17 dari 33
5.12 Timbal	20 dari 33
5.13 Merkuri	23 dari 33
5.14 Kromium	30 dari 33
Lampiran A : Daftar Nama dan Lembaga	33 dari 33

1. Ruang Lingkup

Standard ini menetapkan spesifikasi Poli-aluminium Klorida Cair untuk pengolahan air beserta cara pengujian yang berkaitan

2. Acuan

JIS K.1475-1978 : Poly Aluminium Chloride for Water works

3. Mutu

Poli-aluminium Klorida (PAC) untuk pengolahan air berupa cairan tak berwarna atau sedikit berwarna kuning-coklat pucat dan memenuhi ketentuan impuritas seperti pada tabel berikut bila diuji sesuai butir 5. 2.3.

Tabel 1
Persyaratan batas kandungan impuritas dalam PAC-cair

parameter analisis	satuan	syarat batas
Berat jenis (20 °C)		min 1,19
Aluminium Oksida (Al ₂ O ₃)	%	10,0 - 11,0
Kebasaan	%	45-65
pH (larutan 1 % ^{b/v})		3,5 - 5,0
Ion Sulfat (SO ₄ ²⁻)	%	maks 3,5
N-ammonia (N)	%	maks 0,01
Arsen (As)	ppm	maks 5
Besi (Fe)	%	maks 0,01
Mangan (Mn)	ppm	maks 25
Kadmium (Cd)	ppm	maks 2
Timbal (Pb)	ppm	maks 10
Merkuri (Hg)	ppm	maks 0,2
Kromium (Cr)	ppm	maks 10

4. Metode pengambilan contoh

Pengambilan contoh dilakukan melalui cara yang direncanakan menurut ketentuan yang berlaku mewakili seluruh bahan.

5. Cara pengujian

5.1. Bahan-bahan yang berkaitan

Bahan-bahan, seperti air, pereaksi, yang berkaitan untuk analisa kimia, analisa serapan dan analisa cara spektrofotometri serapan atom (SSA), masing-masing harus sesuai ketentuan standar mutunya.

5.2 Berat jenis

5.2.1. Prinsip

Benda uji dikondisikan pada temperatur 20°C dan diukur dengan hidrometer berat jenis.

5.2.2. Peralatan

Peralatan harus sesuai dengan ketentuan berikut:

1) Hidrometer

Hidrometer dengan rentang ukur efektif antara 1,180 - 1,240

2) Silinder

Silinder dibuat dari gelas tanpa distorsi yang tidak mengganggu pembacaan hidrometer dan ukurannya harus sedemikian rupa, sehingga hidrometer terapung dalam silinder. Jarak antara setiap bagian dari hidrometer dengan dinding-dalam silinder dan bagian dasar silinder tidak kurang dari 1 cm.

3) Batang pengaduk

Untuk mendapatkan berat jenis merata dari cairan di dalam silinder, batang pengaduk harus dapat digunakan sebagai pengaduk yang sempurna.

5.2.3. Prosedur

1) Hidrometer dan silinder harus bersih sebelum dipakai sehingga dapat memperlihatkan meniskus yang jelas.

2) Sejumlah benda uji yang cukup dimasukkan ke dalam silinder dan dipertahankan pada temperatur 20 °C.

3) Setelah diaduk merata dengan batang pengaduk, ambil hidrometer melalui ujung atasnya, apungkan di atas cairan secara hati-hati dan tanpa gelembung udara yang menempel.

4) Setelah tenang terapung, tekan ke bawah sampai tenggelam kurang lebih 2 skala ukur dalam benda uji, kemudian lepaskan.

5) Setelah hidrometer betul-betul berada dalam keadaan diam, baca skala mengikuti permukaan meniskus.

6) Ulangi pengukuran 2 sampai 3 kali, dan nilai rata-rata pembacaan menunjukkan berat jenis dari cairan¹

5.3. Aluminium oksida

5.3.1. Prinsip

Melalui penambahan Asam Nitrat kedalam benda uji, Poli-aluminium Oksida akan berubah menjadi ion aluminium, penambahan larutan garam Etilena di-Amina Tetra Asam Asetat (EDTA) dalam jumlah berlebih untuk aluminium dan setelah pembentukan senyawa khelat, titrasi kembali kelebihan EDTA dengan sempurna larutan Seng menggunakan indikator Jingga-xilenol. Kemudian hitung kadar Aluminium Oksida.

¹ Catatan1: selisih dari nilai 2 sampai 3 kali pengukuran dan hasil rata-rata tidak boleh lebih dari nilai interval satu skala.

5.3.2. Pereaksi

Selanjutnya, pereaksi yang dibuat harus memenuhi ketentuan berikut :

(1) Asam Nitrat (1:12)

(2) Larutan EDTA 0,05 M

Larutkan 19 g garam di-Natrium Etilena di-Amina Tetra Asam Asetat.2-Hidrat dalam air dan encerkan sampai 1 L.

(3) Larutan buffer Natrium Asetat

Larutkan 272 g Natrium Asetat.3-Hidrat dalam air sampai 1 L.

(4) Larutan Jingga-xilenol (0,1 % ^{b/v})

Larutkan 0,1 g Jingga-xilenol dalam air dan encerkan sampai 100 mL.

(5) Larutan seng 0,02 M

Timbang 1,308 g Seng (pereaksi standar), masukkan kedalam gelas piala 100 mL, tambahkan 6 sampai 7 mL Asam Klorida dan sedikit air, panaskan untuk melarutkan Seng, uapkan diatas penangas air sampai hampir kering, larutkan residu dengan menambahkan air, pindahkan kedalam labu ukur 1 L dan tambahkan air sampai mencapai tanda.batas. Satu mL larutan ini setara dengan 1,02 mg Al_2O_3 .

5.3.3 Prosedur

(1) Timbang benda uji kira-kira 10 g dengan tingkat ketelitian 1 mg, pindahkan kedalam labu ukur 500 mL dan tambah air sampai mencapai tanda batas.

(2) Pipet 20 mL larutan (1) kedalam labu Erlenmeyer 200 mL, tambahkan 2 mL Asam Nitrat (1:12)², didihkan selama 1 menit, dinginkan dan tambahkan secara teliti 20 mL larutan EDTA 0,05 M.

(3) Setelah pH diatur mencapai sekitar 3 (periksa a.l. dengan menggunakan kertas uji pH Biru-timol), didihkan selama ± 2 menit.

(4) Sesudah didinginkan, tambahkan ± 10 mL³ larutan buffer Natrium Asetat dan 2 sampai 5 tetes larutan (0,1 % ^{b/v}) Jingga-xilenol.

(5) Titrasi dengan larutan 0,02 M Seng, titik akhir dicapai bila warna larutan berubah dari kuning-pucat menjadi merah-pucat.

(6) Secara bersamaan, pipet 2 mL Asam Nitrat (1:12) dan 20 mL larutan EDTA 0,05M secara teliti kedalam labu Erlenmeyer dengan kurang lebih 20 mL air dan lanjutkan tes blanko seperti tertulis pada (3), (4) dan (5).

5.3.4. Perhitungan

Hitung kandungan Aluminium Oksida (%) dengan rumus berikut:

$$A = \frac{0,00102 \times (a' - a)}{S \times 20/500} \times 100 - (b \times 0,9129)$$

dengan :

² Catatan 2: nilai pH harus antara 1 dan 2

³ Catatan 3: nilai pH diatur antara 5 dan 6

A adalah Kadar Aluminium Oksida (%).

0,00102 adalah Berat Aluminium Oksida yang setara dengan 1 mL larutan Seng 0,02 M (g).

a	adalah	titer larutan seng 0,02 M pada benda uji (mL)
a'	adalah	titer larutan seng 0,02 M dari 4.3.3.(6) (mL).
b	adalah	kadar besi, ditentukan menurut 4.9. (%)
0,9129	adalah	faktor konversi dari besi terhadap aluminium oksida.
S	adalah	berat benda uji yang ditimbang (g)

5.4. Kebasaan

5.4.1. Prinsip

Setelah terjadi penguraian dari benda uji melalui cara pendidihan dengan Asam-klorida, Aluminium diendapkan dengan Kalium Fluorida, tambahkan indikator Fenolftalein, titrasi dengan Natrium Hidroksida dan kebasaaan dapat dihitung .

5.4.2. Pereaksi .

Pereaksi harus memenuhi ketentuan berikut :

(1) larutan Kalium Fluorida (50 % $\frac{b}{v}$) .

Larutkan 250 g Kalium Fluorida Anhidrida dalam air sampai 500 mL dan saring dengan kertas saring kasar

(2) Air bebas Asam Karbonat

Didihkan air-redestilasi, hilangkan gas asam karbonat dan bahan-bahan mudah menguap lainnya , biarkan dingin sampai temperatur kamar, lindungi dari kemungkinan absorpsi gas asam karbonat dari udara.

(3) Larutan Merah-metil-Hijau Brom Kresol dalam Etil Alkohol

Larutkan 0,02 g Merah-metil dan 0,1 g Hijau Brom Kresol dalam 100 mL Etil Alkohol (90 % $\frac{v}{v}$) .

(4) Larutan Fenolftalein dalam Etil Alkohol (0,5 % $\frac{b}{v}$)

Larutkan 0,5 g Fenolftalein dalam 100 mL Etil Alkohol (50 % $\frac{v}{v}$), teteskan larutan Natrium Hidroksida (0,02 N) sampai warna larutan berubah menjadi merah muda.

(5) Asam Klorida 0,5N .

Encerkan 45 sampai 50 mL Asam Klorida dalam air sampai 1 L.

Standarisasi Asam Klorida 0,5 N .

Ambil sejumlah Natrium Karbonat Anhidrida kedalam cawan platina , keringkan pada temperatur 500-650 °C selama 40-50 menit, dinginkan dalam eksikator.

Timbang 0,5-0,7 g dengan ketelitian 0,1 mg, masukkan kedalam gelas piala 100 mL, larutkan dengan 20 mL air, tambahkan beberapa tetes larutan Merah metil-Hijau Bromkresol dalam Alkohol, titrasi dengan larutan Asam Klorida sampai titik akhir pada perubahan warna dari biru ke merah jambu.

Hitung faktor ketelitian Asam Klorida 0,5 N sbb. :

$$f = \frac{c}{d \times 0,0265}$$

dengan :

- f adalah faktor Asam Klorida 0,5N .
 c adalah berat Natrium Karbonat (g).
 d adalah titer larutan Asam Klorida 0,5N (mL)
 0,0265 adalah berat setara Natrium-Karbonat dengan 1 mL larutan Asam Klorida 0,5N .

(6) Larutan Natrium Hidroksida 0,5 N

Masukkan kira-kira 100 g Natrium Hidroksida sedikit demi sedikit kedalam labu Erlenmeyer dengan kira-kira 100 mL air, hati-hati dengan timbulnya panas, larutkan melalui pengadukan dengan batang pengaduk, siapkan larutan jenuh, biarkan tersimpan selama semalam dengan diberi tutup karet dan kemudian 25 mL cairan supernatan diencerkan dengan air bebas Asam Karbonat sampai 1 L .

Standardisasi larutan Natrium Hidroksida 0,5N .

Pipet 25 mL larutan Asam Klorida (0,5 N) kedalam cawan porselen, dan sesudah diberi 2 atau 3 tetes larutan Fenolftalein dalam Alkohol (0,5 % $\frac{b}{v}$), titrasi dengan larutan Natrium Hidroksida, aduk terus menggunakan batang pengaduk, sampai titik akhir tercapai ketika warna larutan berubah menjadi merah muda.

Hitung faktor ketelitian larutan Natrium Hidroksida 0,5N sbb. :

$$f' = \frac{25 f}{e}$$

dengan :

- f' adalah faktor ketelitian dari larutan Natrium Hidroksida 0,5 N
 f adalah faktor ketelitian dari larutan Asam Klorida 0,5 N
 e adalah titer larutan Natrium Hidroksida 0,5N (mL)

5.4.3. Prosedur

Prosedur harus sesuai dengan ketentuan berikut:

- (1) Timbang kira-kira 2 g contoh uji dengan ketelitian 1 mg, masukkan bersama 20-30 mL air kedalam labu Erlenmeyer 200 mL.
- (2) Pipet 25 mL Asam Klorida 0,5N, masukkan kedalam larutan contoh uji. Tutup dengan gelas arloji, panaskan selama 10 menit diatas penangas air, dinginkan sampai temperatur kamar, dan tambahkan secepatnya 25 mL larutan Kalium Fluorida (50 % $\frac{b}{v}$).

(3) Tambahkan 5 tetes larutan Fenolftalein (0,5 % $\frac{b}{v}$) dalam alkohol dan secepat-nya dititrasi dengan larutan Natrium Hidroksida 0,5 N, sampai titik akhir tercapai pada perubahan warna menjadi merah muda.

(4) Pada saat yang sama, pipet 25 mL air kedalam labu Erlenmeyer 200 mL, dan lakukan cara yang sama seperti pada (2) dan (3).

5.4.4. Perhitungan

%-Kebasaan dihitung dengan rumus berikut:

$$B = \frac{\frac{(g' - g) \times f'' \times 0,0085}{17}}{\frac{S \times A \times 0,5293}{8,994 \times 100}} \times 100$$

dengan :

B	adalah	kebasaan (%)
g	adalah	titer larutan Natrium Hidroksida 0,5N terhadap larutan contoh uji (mL).
g'	adalah	titer larutan Natrium Hidroksida 0,5N terhadap air (mL).
f''	adalah	faktor ketelitian larutan Natrium Hidroksida 0,5N .
0,0085	adalah	berat setara gugus-hidroksil terhadap 1 mL larutan Natrium Hidroksida 0,5N .
17	adalah	berat setara gugus hidroksil
S	adalah	berat contoh uji (g)
A	adalah	kandungan Aluminium Oksida yang terbentuk pada 5.3. (%)
0,5293	adalah	faktor konversi dari Aluminium dalam Aluminium Oksida.
8,994	adalah	berat setara Aluminium.

5.5. PH

5.5.1. Prinsip

Ukur nilai pH larutan 1 % $\frac{b}{v}$ dari benda uji dengan cara elektroda gelas.

5.5.2. Peralatan

Peralatan harus memenuhi spesifikasi berikut:

(1) pH meter elektroda gelas

Digunakan pH-meter elektroda gelas sesuai dengan standar yang berlaku.

5.5.3. Prosedur

(1) Timbang 1,0 g benda uji, masukkan kedalam labu ukur 100 mL, dan tambahkan air sampai mencapai garis tanda.

(2) Pertahankan pada temperatur 20°C, ukur pH

5.6. Ion Sulfat

5.6.1. Prinsip

Contoh uji diuraikan melalui pemanasan bersama Asam Nitrat, buat sebagai larutan Etil-alkohol 30 - 40 %, dan dipanaskan lagi. Larutkan endapan Timbal-sulfat yang terbentuk pada penambahan larutan Timbal Nitrat pada contoh uji dalam larutan buffer Amonium Asetat - Asam Asetat, titrasi dengan larutan garam di-Natrium-Etilena di-Amina-tetra Asam Asetat dengan penambahan indikator Cu-PAN, dan hitung kadar ion sulfat.

5.6.2. Pereaksi.

(1) Asam Nitrat (1 : 12)

(2) Larutan Timbal-Nitrat (1,7 % $\frac{b}{v}$)

Larutkan 17 g Timbal-Nitrat dalam air dan encerkan menjadi 1 L.

(3) Larutan buffer Ammonium Asetat-Asam Asetat

Larutkan 15,42 g ammonium asetat dalam kira-kira 500 mL air, tambahkan 35 mL Asam Asetat kedalam larutan ini, selanjutnya tambah air menjadi 1 L (nilai pH larutan ini harus disekitar 4,2).

(4) Indikator Cu-PAN

1 g campuran yang terdiri dari 1 : 11,1 perbandingan berat antara 1-(2-piridilazo)-2-naftol dengan di-Natrium-cupri-etilena di-Aminatetra-Asetat.4-Hidrat, dilarutkan dalam 100 mL Etil Alkohol 60-70 %v/v, yang dipakai adalah bagian cairan supernatan.

(5) Larutan EDTA 0,05 M

Larutan ini harus sesuai dengan 4.3.2.(2). Standarisasinya adalah sebagai berikut:

Pipet 50 mL larutan Seng 0,02M secara teliti kedalam gelas piala 300 mL, tambahkan kira-kira 80 mL larutan buffer Ammonium Asetat-Asam asetat, panaskan, sesudah ditambahkan 4-5 tetes indikator Cu-PAN, segera dititrasi dengan larutan EDTA 0,05M, sampai mencapai titik akhir warna larutan menjadi merah kekuningan.

Hitung faktor ketelitian EDTA 0,02M dengan rumus berikut :

$$f' = \frac{50}{h} \times \frac{1/50}{1/20}$$

dengan :

f' adalah faktor larutan EDTA 0,02M

h adalah titer dari EDTA 0,05M (mL)

(6) Larutan Seng 0,02 M

Larutan harus sesuai seperti 4.3.2. (5).

5.6.3. Prosedur

(1) Timbang ± 10 g benda uji sampai ketelitian 1 mg, masukkan kedalam labu ukur 500 mL

dan tambahkan air sampai mencapai tanda batas .

(2) Pipet secara teliti sebanyak 20 mL larutan dari labu ukur ini kedalam gelas piala 200 mL, tambahkan 2 mL Asam Nitrat (1:12) dan panaskan.

(3) Tambahkan air menjadi kira-kira 40 mL, tempatkan dalam penangas air 80° C, tambahkan perlahan-lahan 30 mL Etil-alkohol (99,5 % v/v) dan kira-kira 10 mL larutan Timbal Nitrat (1,7 %^{b/v}), terbentuk endapan putih Timbal Sulfat dan pertahankan tetap panas selama 10 menit, untuk pematangan endapan.

(4) Dinginkan pada air mengalir, endapan disaring dengan kertas saring halus, sisa endapan pada gelas piala dicuci tiga kali dengan 20 -30 mL Etil-Alkohol (20 % v/v) , lalu kumpulkan endapan secara hati-hati pada kertas saringan.

(5) Pindahkan endapan bersama kertas saring kedalam gelas piala semula, tambahkan 80-100 mL larutan buffer Ammonium Asetat - Asam Asetat, dan larutkan endapan dengan sempurna melalui pemanasan.

(6) Tambahkan 4-5 tetes indikator Cu-PAN, dan pertahankan temperatur cairan pada 80-100°C, titrasi dengan larutan EDTA 0,05M sampai mencapai titik akhir pada perubahan warna dari merah menjadi kuning.

5.6.4. Perhitungan

Kandungan ion sulfat dalam % dihitung menurut rumus:

$$C = \frac{0,004803 \times k \times f'}{S \times 20/500} \times 100$$

dengan :

C	adalah Kandungan Ion Sulfat (%)
0,004803	adalah berat setara Ion Sulfat terhadap 1 mL larutan EDTA 0,05M (g).
k	adalah titer larutan EDTA 0,05M (mL)
f'	adalah faktor ketelitian larutan EDTA 0,05M
S	adalah berat benda uji (g)

5.7. N-Ammonia

5.7.1. Prinsip

Dengan menambahkan Natrium Karbonat kepada benda uji, Aluminium di endapkan sebagai hidroksida, tambahkan pereaksi Nesler pada cairan supernatan yang diperoleh , dan ukur serapannya lalu kandungan N-ammonia dapat dihitung .

5.7.2. Pereaksi .:

(1) Asam Sulfat (1:35)

(2) Larutan Natrium Karbonat (3 % ^{b/v})

Larutkan 3 g Natrium Karbonat anhidrida dalam air sampai 100 mL.

(3) Larutan Natrium Kalium Tartrat

Larutkan 100 g Natrium Kalium Tartrat dalam 200 mL air, dan setelah disaring melalui

saringan kaca 3G4, tambahkan 10 mL pereaksi Nessler. Larutan ini disimpan dalam botol coklat, dan cairan supernatan dapat dipakai.

(4) Pereaksi Nessler

35 g Merkuri Iodida (merah) digerus rata dalam mortir bersama 50-70 mL air. Kemudian tambahkan 25 g Kalium Iodida. Setelah larut, tambahkan perlahan-lahan larutan 200 g Natrium Hidroksida dalam 800 mL air yang telah dipersiapkan dan telah didinginkan dibawah 10°C , diencerkan menjadi 1 L.

Pereaksi ini harus disimpan dalam botol coklat dan cairan supernatannya yang dipakai sebagai pereaksi.

(5) Larutan induk standar N - Ammonia (0,1 mg. N/mL)

Timbang 0,382 g Ammonium Klorida dan masukkan kedalam gelas piala 100 mL, larutkan dalam sedikit air, pindahkan kedalam labu ukur 1 L dan tambah air sampai tanda batas.

(6) Larutan standar N-Ammonia (0,005 mg N/mL)

Pipet secara teliti 50 mL larutan induk standar N-Ammonia (0,1 mg N/mL), pindahkan kedalam labu ukur 1 L dan tambahkan air mencapai tanda batas.

5.7.3. Peralatan

(1) Fotometer

Spektrofotometer fotoelektris atau fotometer fotoelektris

5.7.4. Prosedur

(1) Timbang 10 g benda uji dengan ketelitian mencapai 0,1 g, masukkan dalam labu ukur 500 mL dan tambahkan air sampai mencapai tanda batas.

(2) Pipet secara teliti 25 mL larutan dari labu, masukkan kedalam gelas ukur 100 mL bertutup, tambahkan 1,5 mL Asam Sulfat (1:35), sesudah dikocok, tambahkan 5 mL larutan Natrium Karbonat ($3\% \text{ } \frac{\text{b}}{\text{v}}$), tambah air sampai 100 mL dan kocok.

(3) Biarkan untuk pengendapan hidroksida, pipet 50 mL dari cairan supernatan dan masukkan kedalam gelas piala 100 mL.

(4) Tambahkan 2 mL larutan Natrium Kalium Tartrat dan 1 mL pereaksi Nessler, kocok, dibiarkan 10 menit.

(5) Ambil 10 mL dari larutan kedalam sel absorpsi. Ukur serapan pada panjang gelombang disekitar 425 nm.

(6) Mempersiapkan kurva kalibrasi.

Ambil secara bertingkat antara 1,0 sampai 7,0 mL larutan standar N-ammonia (0,005 mg N/mL), masukkan kedalam labu ukur 50 mL dan tambahkan air sampai tanda batas pada masing-masing labu. Laksanakan prosedur seperti pada (4) dan (5), buat kurva kalibrasi dari hubungan antara kandungan N-amonia dan serapan.

5.7.5. Perhitungan

Dari kurva kalibrasi yang diperoleh melalui prosedur dalam 4.7.4. (6), tentukan kandungan N-ammonia (N) dalam (mg) sesuai dengan serapan diukur melalui prosedur dalam 4.7.4 (5) dan hitung N-ammonia (%) dalam benda uji dari rumus berikut:

$$D = \frac{\ell}{S \times 25/500 \times 50/100} \times 100/1000$$

dengan :

D	adalah	Kandungan N-Ammonia dalam benda uji (%)
ℓ	adalah	kandungan N-ammonia benda uji (mg N)
S	adalah	berat benda uji (g).

Lakukan uji blanko meliputi semua tahap untuk mendapatkan koreksi hasil perhitungan.

5.8. Arsen

5.8.1. Prinsip

Semua senyawa arsen dalam benda uji diubah menjadi Hidrogen-Arsenida, diserap oleh larutan Piridin dari senyawa Perak di-etil di-tiokarbamat, dan kandungan Arsen dapat diketahui melalui pengukuran serapan.

5.8.2. Pereaksi.

(1) Asam Klorida

(2) Larutan Kalium Iodida (15 % b/v)

Larutkan 15 g Kalium Iodida dalam air, dan diencerkan sampai 100 mL. Larutan ini hanya dipersiapkan setiap kali diperlukan.

(3) Larutan Stanno Klorida

Larutkan 40 g stanno Klorida.2-hidrat dalam 100 mL Asam Klorida. Larutan ini hanya dipersiapkan setiap kali diperlukan.

(4) Larutan Timbal-Asetat (8,5 % b/v)

Tambahkan satu tetes Asam Asetat (1:2) pada 10 g Timbal Asetat.3-hidrat, dan encerkan dengan air menjadi 100 mL. Larutan ini harus disimpan dalam botol tutup rapat.

(5) Serbuk seng

Serbuk Seng (bebas kandungan Arsen), yang lolos ayakan standar 1410 μm dan tertahan ayakan 1000 μm , sesuai JIS Z 8801.

(6) Larutan Piridin dari Perak DDTC (0,5 % b/v)

Larutkan 1 g Perak di-Etil di-Tio-Karbamat dalam 200 mL Piridin. Bila larutan ini disimpan dalam botol coklat ditempat gelap dan dingin, maka akan stabil sampai kira-kira 3 bulan.

(7) Larutan induk standar Arsen (0,1 mg As/mL)

Gerus Arsen Trioksida (larutan standar) dalam mortir menjadi serbuk halus sesuai ketentuan yang berlaku, keringkan pada 105-110°C selama 3-4 jam dan dinginkan dalam eksikator-Asam Sulfat. Timbang 0,132 g, masukkan kedalam gelas piala 500 mL, larutkan dalam 5 mL larutan Natrium Hidroksida (20 % b/v) dan encerkan dengan air kurang lebih 400 mL dan kemudian tambahkan Asam Sulfat (1:10) sampai sedikit asam, lalu masukkan kedalam labu ukur 1L dan tambah air sampai mencapai tanda batas.

(8) Larutan standar Arsen (0,001 mg As/mL)

Pipet 10 mL larutan induk standar Arsen (0,1 mg As/mL) secara teliti, masukkan kedalam labu ukur 1 L dan tambahkan air sampai tanda batas.

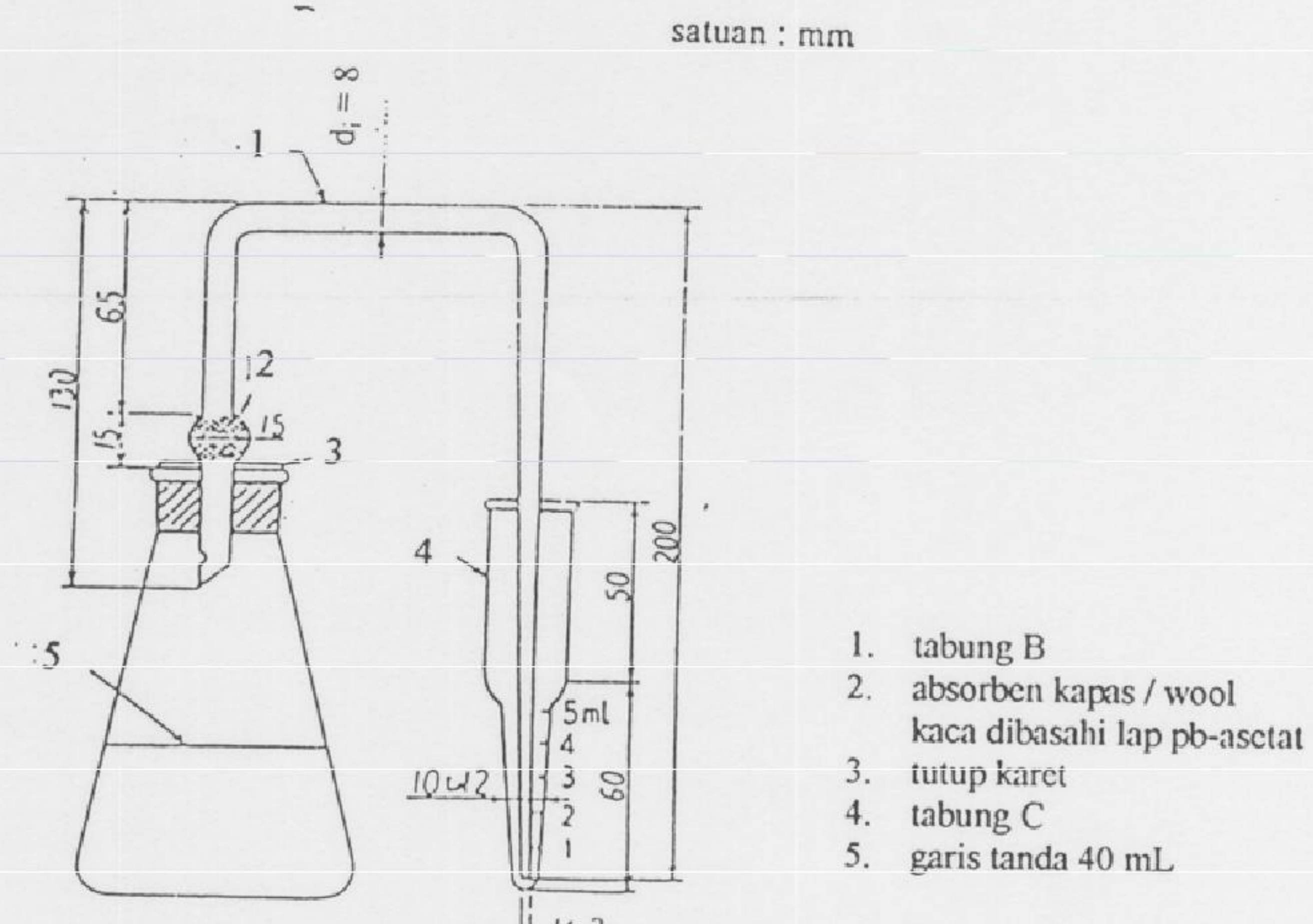
5.8.3. Peralatan

(1) Fotometer

Spektrofotometer fotoelektrik atau fotometer fotoelektrik.

(2) Peralatan pengujian arsen

Salah satu contoh dapat dilihat pada gambar 1.



Gambar 1.

Contoh Peralatan Uji untuk Arsen

Keterangan :

A : labu Erlenmeyer 80 mL, dilengkapi garis tanda batas untuk ukuran 40 mL, dan diberi tutup karet, yang dapat ditembus pipa B.

- B : Saluran pipa, dengan diameter 8 mm, bengkok membentuk huruf U seperti terlihat pada gb.1. Bagian ujung saluran pipa, pada sisi tutup karet dipancang miring dan diberi lubang pada bagian sisi lebih tinggi. Tabung ini menggelembung dengan diameter dalam 15 mm pada posisi 60 mm disebelah atas ujungnya. Didalam ruang gelembung ini, diisi dengan kapas-absorben atau wol-gelas (yang dibasahi dengan larutan timbal-asetat (8,5 % b/v) dan jangan terlalu basah). Bagian ujung pipa yang lain, sedikit demi sedikit dibuat lancip, sampai ukuran diameter dalam pada bagian ujung 1-2 mm.
- C : Pipa absorpsi dengan panjang total 110 mm yang bagian bawahnya menjadi lancip sepanjang 60 mm dari bawah dan dilengkapi garis-skala setiap 1 mL sampai 5 mL.

5.8.4. Prosedur

- (1) Timbang kira-kira 2 g benda uji sampai ketelitian 1 mg, masukkan kedalam bejana A dari peralatan uji arsen, dan tambahkan 5 mL Asam Klorida kemudian air sampai kira-kira 40 mL.
- (2) Tambahkan 2 mL larutan Kalium Iodida (15 % b/v) dan diamkan selama 2-3 menit. Kemudian tambahkan 1 mL larutan Stanno kemudian diaduk. Diamkan pada temperatur kamar selama 15 menit.
- (3) Masukkan 5 mL larutan Piridin-perak DDTC (0,5 % b/v) tepat pada tabung absorpsi C, tambahkan 3 g serbuk Seng kedalam bejana A, dan secepatnya hubungkan A,B dan C. Setelah kurang lebih satu jam biarkan pada temperatur kamar, biarkan Hidrogen-arsenida yang menguap di bejana A diserap kedalam tabung C dan menimbulkan warna .
- (4) Ambil sebagian dari larutan yang telah berwarna masukkan kedalam sel-absorpsi 10 mm, ukur serapan pada panjang gelombang kira-kira 530 nm, menggunakan larutan piridin dari perak DDTC (0,5 % b/v) sebagai larutan blanko .
- (5) Mempersiapkan kurva kalibrasi
Ambil secara bertingkat 1,0 sampai 20,0 mL larutan standar arsen (0,001 mg As/mL) masukkan kedalam bejana A dari peralatan uji arsen, tambahkan 5 mL Asam Klorida dan air sampai 40 mL, selanjutnya laksanakan seperti pada prosedur (2) sampai (4) . Buat kurva kalibrasi hubungan antara kadar Arsen dan serapan .

5.8.5. Perhitungan

Dari kurva kalibrasi yang dibuat melalui prosedur dalam 4.8.4. (5), cari kadar Arsen (mg) sesuai dengan hasil serapan yang diukur melalui prosedur 4.8.4. (4). Hitung kandungan arsen dalam benda uji dalam ppm menurut rumus berikut:

$$E = \frac{m}{S} \times 1000$$

dengan :

E adalah Kandungan arsen didalam benda uji (ppm)

m adalah berat arsen (mg)

S adalah berat benda uji (g).

Lakukan uji blanko meliputi seluruh tahap untuk mendapatkan koreksi hasil-hasil perhitungan

5.9. Besi

5.9.1. Prinsip

Larutan Hidroksilamina Hidroklorida ditambahkan pada benda uji, ion-besi direduksi membentuk ion-ferro, dengan penambahan larutan 1,10-Fenantrolina terbentuk warna, dan tentukan kadar besi melalui pengukuran serapan secara fotometri.

5.9.2. Preaksi

(1) Asam Klorida (1:3)

(2) Larutan Hidroksilamina Hidroklorida (10 % b/v)

Larutkan 10 g Hidroksilamina Hidroklorida dalam air, dan encerkan sampai 100 mL. Larutan disimpan dalam botol coklat.

(3) Larutan 1,10-Fenantrolina (0,1 % b/v)

Larutkan 0,12 g 1,10-Fenantrolina Hidroklorida dalam air sampai 100 mL atau larutkan 0,10 g 1,10 Fenantrolina dalam 20 mL Etil Alkohol (95 % v/v) dan encerkan dengan air sampai 100 mL. Larutan disimpan dalam botol coklat.

(4) Larutan buffer Natrium Asetat-Asam Asetat

Larutkan 450 g Natrium Asetat 3-hidrat dalam 400 mL air, tambahkan 240 mL Asam Asetat dan encerkan dengan air sampai 1 L.

(5) Larutan induk Besi (1 mg Fe/mL)

Timbang 7,02 g Ammonium Ferro Sulfat.6-hidrat, masukkan kedalam gelas piala 100 mL, larutkan dalam 2 mL Asam Klorida (1:1) dan sedikit air, pindahkan kedalam labu ukur 1 L, encerkan dengan air sampai tanda batas.

(6) Larutan standar Besi (0,01 mg Fe/mL)

Pipet 10 mL teliti larutan induk Besi (1 mg Fe/mL) kedalam labu ukur 1 L, dan encerkan dengan air sampai tanda batas.

5.9.3. Peralatan

(1) Fotometer

Spektrofotometer fotoelektris atau fotometer fotoelektris

5.9.4. Prosedur

(1) Timbang kurang lebih 10 g benda uji sampai ketelitian 0,1 g, masukkan kedalam labu ukur 500 mL, dan tambahkan air sampai tanda batas.

(2) Pipet 20 mL secara teliti larutan benda uji, masukkan kedalam labu ukur 100 mL. Tambahkan 3 mL Asam Klorida (1:3) dan air kira-kira 70 mL, kemudian tambahkan 1 mL larutan Hidroksil Amina Hidroklorida (10 % b/v) lalu kocok sampai melarut sempurna.

(3) Tambah 5 mL larutan 1,10 - Fenantrolin (0,1 % b/v) dan 15 mL larutan buffer Natrium Asetat-Asam Asetat, dan diencerkan dengan air sampai mencapai tanda batas. Sesudah dikocok sampai homogen, biarkan selama 20 menit, dan biarkan warnanya timbul.

(4) Ambil sebagian larutan yang sudah berwarna kedalam sel absorpsi 10 mL dan ukur serapan pada panjang gelombang di sekitar 510 nm.

(5) Persiapkan kurva kalibrasi.

Ambil secara bertingkat 1,0 sampai 5,0 mL larutan standar Besi (0,01 mg Fe/mL) masukkan masing-masing kedalam labu ukur 100 mL. Tambahkan 3 mL Asam Klorida (1:3) dan air sampai kira-kira 70 mL kedalam setiap labu, tambahkan 1 mL Hidroksilamina Hidroklorida (10 % b/v) dan kocok sampai homogen. Kemudian laksanakan seperti prosedur (3) dan (4).

Buat kurva kalibrasi melalui hubungan antara kadar besi dan serapan.

5.9.5. Perhitungan

Dari kurva kalibrasi yang diperoleh melalui prosedur dalam 4.9.4. (5), tentukan kadar besi (mg) sesuai dengan serapannya diukur melalui prosedur dalam 4.9.4. (4). Hitung kadar besi didalam benda uji menurut rumus berikut:

$$G = \frac{n}{S \times 20/500} \times \frac{100}{1000}$$

Keterangan :

- G = kadar besi dalam benda uji dalam %
- n. = berat besi dalam 20 mL benda uji (mg)
- S = berat benda uji (g)

Lakukan ulangan analisis blanko meliputi keseluruhan prosedur untuk koreksi hasil akhir.

5.10. Mangan

5.10.1. Analisa Spektrofotometri

(1) Prinsip

Dengan pembubuhan Ammonium Persulfat pada benda uji, semua senyawa mangan teroksidasi menjadi ion permanganat, kemudian dapat ditentukan kadar Mangan melalui analisis-Spektrofotometri

(2) Preaksi

(a) Asam Sulfat (1:3)

(b) Larutan campuran Asam Sulfat dan Asam Fosfat

Tambahkan 200 mL Asam Fosfat dan 200 mL Asam Sulfat kedalam 500 mL air, sesudah dingin, encerkan dengan air sampai 1 L.

(c) larutan Perak Nitrat (1 % v/v)

larutkan 1 g Perak Nitrat dan diencerkan dengan air menjadi 100 mL.

(d) Ammonium Persulfat

(e) Larutan induk standar Mangan (0,1 mg Mn/mL)

Timbang 0,288 g Kalium Permanganat, masukkan kedalam gelas piala 500 mL, larutkan dalam kira-kira 200 mL air. setelah ditambah 10 mL Asam Sulfat (1:35), hilangkan warnanya dengan meneteskan Hidrogen Peroksida (3%), dan kelebihan hidrogen peroksida dihilangkan dengan cara di didihkan perlahan-lahan. Setelah dingin, pindahkan kedalam labu ukur 1 L dan tambah air sampai tanda batas.

(f) larutan standar dari Mangan (0,01 mg Mn/mL)

Pipet 100 mL tepat larutan induk standar dari Mangan (0,1 mg Mn/mL) kedalam labu ukur 1 L, diencerkan dengan air sampai tanda batas.

(3) Peralatan

(a) Fotometer

Spektrofotometer fotoelektris atau fotometer fotoelektris.

(4) Prosedur

(a) Timbang kira-kira 5 g benda uji sampai ketelitian 0,1 mg, pindahkan kedalam gelas piala 200 mL, tambahkan 10 mL Asam Sulfat (1:3), panaskan dalam bak-pasir dan pemanasan dihentikan apabila isinya sudah hampir kering dengan menimbulkan uap putih dari Asam Sulfat dan dinginkan.

(b) Tambahkan kira-kira 60 mL air dan 5 mL larutan campuran Asam Sulfat-Asam Fosfat. Larutkan campuran melalui pemanasan. Setelah dingin, tambahkan 1 mL larutan Perak Nitrat (1 % b/v) dan 1 g Ammonium Persulfat⁴ dan dididihkan kira-kira 2 menit⁵. Sesudah didinginkan dengan air mengalir, pindahkan campuran kedalam labu ukur 100 mL, encerkan dengan air sampai tanda batas dan kocok sampai homogen.

(c) Ambil sebagian dari larutan kedalam tabung spektrofotometer lalu ukur serapan pada panjang gelombang disekitar 530 nm.

(d) Persiapan kurva kalibrasi

Ambil secara bertingkat 1,0 sampai 15,0 mL larutan standar mangan (0,01 mg Mn/mL) dan laksanakan menurut prosedur yang diberikan dalam (b) dan (c). dan buatlah kurva kalibrasi atas dasar hubungan serapan dengan konsentrasi masing-masing campuran yang dibuat.

(5) Perhitungan

Dari kurva kalibrasi yang disiapkan melalui prosedur yang diberikan pada (4) (d), tentukan kadar Mn (mg) sesuai dengan serapan yang diukur dengan prosedur yang diberikan pada (4) (c). Hitung kadar mangan (ppm) dalam benda uji menurut rumus berikut:

$$H = \frac{o}{S} \times 1000$$

dengan :

H adalah kadar Mangan dalam benda uji (ppm)
o adalah berat mangan dalam benda uji (mg)
S adalah berat benda uji (g)

Lakukan pengulangan analisis blanko meliputi keseluruhan prosedur untuk koreksi hasil akhir.

5.10.2. Fotometri Serapan Atom

(1) Prinsip

Mangan didalam benda uji dibuat senyawa khelat dengan penambahan Natrium di-Etil di-Tio Karbamat, diekstraksi dengan Metil Isobutil Keton, dan tentukan kandungannya dengan Fotometri Serapan Atom.

(2) Pereaksi

Pereaksi harus sesuai persyaratan berikut:

(a) Asam Nitrat

(b) Asam Klorida (1:3)

(c) Larutan Ammonia (1:5)

⁴ Catatan (4): Untuk keadaan dengan kandungan bahan-bahan organik yang tinggi, tambahkan ammonium persulfat.

⁵ Catatan (5): Apabila terlihat kekeruhan putih, cara mendidihkan dilanjutkan sampai larutan kelihatan transparan.

Perhatian: Untuk menghindarkan pengaruh warna-warna pengganggu, tambahkan secepatnya sesudah pengukuran serapan satu tetes hidrogen peroksida (30%) kedalam sel dan ukur serapan dari warna yang masih ada. kecilkan gambar dari serapan sebelumnya, dan tentukan ini sebagai serapan dari mangan.

(d) Larutan DDTC

Larutkan 10 g Natrium di-Etil di-Tio Karbamat 3Hidrat dalam air sampai 100 mL.

(e) Larutan di-Ammonium Sitrat (50 % $\frac{b}{v}$)

Larutkan 50 g di-Ammonium Sitrat dalam air sampai 100 mL.

(f) Larutan Ammonium Sulfat (40 % $\frac{b}{v}$)

Larutkan 40 g Ammonium Sulfat dalam air sampai 100 mL.

(g) MIBK

Metil Iso Butil Keton, dibuat jenuh dengan air sebelum dipergunakan.

(h) Larutan standar ganda (0,01 mg Mn/mL 0,001 mg Cd/mL)

Tuangkan kira-kira 300 mL Asam Nitrat (1:12) kedalam labu ukur 500 mL, tambahkan secara teliti dan berututan larutan standar induk mangan (0,1 mg Mn/mL) sesuai dengan [4.10.1, (2), (e)] sebanyak 50 mL dan larutan standar induk cadmium (0,1 mg Cd/mL) sesuai dengan [4.11.1, (2), (m)] sebanyak 5 mL. kemudian tambahkan larutan Asam Nitrat (1 : 12) sampai tanda batas.

Larutan ini selalu dibuat segera bila akan digunakan

(3) Perlengkapan dan Peralatana) Corong pisah

Corong pisah harus mempunyai kapasitas nominal 200 mL, dilengkapi tanda batas 70 mL.

b) pH meter

pH meter seperti ditentukan pada 4.5.2 (1).

c) Alat analisa Fotometer Serapan Atomd) Lampu katoda untuk Mangan(4) Prosedur

Prosedur adalah sebagai berikut :

(a) Timbang teliti sekitar 4 g benda uji dengan ketelitian 0,1 mg, masukkan kedalam gelas piala 300 mL, tambahkan sekitar 30 mL air dan 1 mL Asam Nitrat⁶, didihkan selama 1 menit tutup dengan kaca-arloji dan biarkan dingin.

(b) Tambahkan 3 mL larutan di-Ammonium Sitrat (50 % $\frac{b}{v}$) dan 15 mL larutan Ammonium Sulfat (40 % $\frac{b}{v}$), atur pH antara 5,0 -5,2 dengan penambahan Ammonia (1:5) atau Asam Khlorida (1:3) (menggunakan pH meter), tambahkan 3 mL larutan DDTC dan aduk:

(c) Setelah didiamkan selama 3 menit, pindahkan kedalam corong pisah, dan tambahkan air sampai volume seluruhnya menjadi 70 mL. Tuangkan 30 mL tepat MIBK kedalam corong pisah, dan kocok untuk pengadukan selama 2 menit. Setelah didiamkan selama 10 menit, lapisan air dibuang. Ambil lapisan MIBK sebagai larutan yang akan diperiksa.

(d) Secepatnya diukur serapan larutan pada panjang gelombang 279,5 nm menggunakan lampu katoda untuk Mangan.

(e) Mempersiapkan kurva kalibrasi

Ambil secara bertingkat antara 1,0 sampai 10,0 mL Larutan standar ganda (0,01 mg Mn/mL, 0,001 mg Cd/mL), tambahkan air kira-kira 30 mL, lakukan seperti ditentukan pada (b) sampai

⁶ Catatan 6: Nilai pH harus antara 1 sampai 2

Perhatian: Dalam hal atomisasi lapisan MIBK dengan pembakar slot, harus diperhatikan hal berikut:

1. dapat menyebabkan nyala api bahan bakar lebih, sebab itu kurangi pemakaian asetilen untuk mencegah semburan api.
2. Pengukuran titik nol harus dilakukan melalui MIBK dalam (2) (g).

(d), buat kurva kalibrasi, atas dasar hubungan antara kandungan Mangan dengan serapan.

(5) Perhitungan

Kadar Mangan (mg) didapatkan dari angka serapan gas yang dihasilkan sesuai butir (4) (d), dihubungkan dengan kurva kalibrasi yang telah dipersiapkan pada waktu yang sama mengikuti prosedur (4) (e).

Kadar (ppm) Mangan dalam benda uji diketahui melalui rumus 4.10.1 (5). Lakukan pengulangan analisis blanko meliputi keseluruhan prosedur untuk koreksi hasil akhir.

5.11. Kadmium

5.11.1. Metode Analisis Spektrofotometri Serapan

(1) Prinsip

Bila ditambahi Kalium Sianida, Kadmium didalam benda uji berada dalam susana basa. lalu diekstraksi dengan larutan di-Tizon dalam Khloroform, kemudian diekstrasi ulang menggunakan larutan Asam Tartarat, dalam suasana basa melalui penambahan larutan Kalium Sianida, kemudian diekstrak-kembali dengan larutan di-Tizon dalam Kloroform, dan kandungan Kadmium dapat diukur dengan cara spektrofotometri serapan atom.

(2) Pereaksi

(a) Asam Klorida

(b) Larutan di-Ammonium Sitrat (50 % b/v)

Larutan harus memenuhi ketentuan dalam 4.10.2 (2) (e)

(c) Larutan Biru-timol (0,04 % b/v)

Ambil 0,1 g Biru-timol kedalam mortir, tambah 10 mL larutan Natrium Hidroksida (0,08 % b/v), digerus rata, sesudah larut semua, larutan dituangkan kedalam labu ukur 250 mL, dan tambah air sampai tanda batas.

(d) Larutan Natrium Hidroksida (20 % b/v)

Larutkan 20 g Natrium Hidroksida dalam air sampai 100 mL.

(e) Larutan Asam Tartarat (2 % b/v)

Larutkan 20 g Asam Tartarat dalam 1 L air. Larutan disimpan ditempat gelap dan dingin.

(f) Larutan Natrium-Kalium Tartarat (25 % b/v)

larutkan 250 g Natrium Kalium Tartarat dalam 1 L air.

(g) Larutan Hidroksil Amina Hidroklorida (20 % b/v)

Larutkan 20 g Hidroksilamina Hidroklorida dalam air sampai 100 mL.

(h) Larutan Natrium Hidroksida-Kalium Sianida (A)

Larutan 400 g Natrium Hidroksida dan 10 g Kalium Sianida dalam air sampai 1L. Disimpan dalam botol polietilena. Larutan ini stabil untuk 1 sampai 2 bulan.

(i) Larutan Natrium Hidroksida- Kalium Sianida (B)

Larutan 400 g Natrium Hidroksida dan 0,5 g Kalium Sianida dalam air sampai 1L. Disimpan dalam botol polietilena. Larutan ini stabil untuk 1 sampai 2 bulan.

(j) Larutan pekat di-Tizona Kloroform (0,01 % b/v)

Sejumlah di-Tizona (di-Fenil-Tio-Karbazona) digerus dalam mortir dari agat, sampai halus, timbang 100 mg serbuk ini, larutkan dalam 1 L Kloroform redestilasi. Larutan harus disimpan dalam botol coklat dan disimpan ditempat gelap dan dingin.

(k) Larutan encer di-Tizona Kloroform (0,001 % b/v)

Encerkan 100 mL larutan pekat di-Tizona-Kloroform dengan Kloroform redestilasi menjadi 1

L. Simpan dalam botol coklat ditempat gelap dan dingin. Panaskan lebih dahulu sampai temperatur kamar sebelum digunakan.

(l) Kloroform Redestilasi

Kedalam Kloroform ditambahkan Asam Sulfat sebanyak 1/20 bagian volume Kloroform dan dikocok. Setelah didiamkan sampai tenang, lapisan Asam Sulfat dipisahkan. Pengolahan ini diulangi, sampai lapisan Asam Sulfat menjadi tak berwarna. kemudian dicuci duakali dengan larutan Natrium Hidroksida (4 % b/v), volumenya kira-kira 1/5 bagian volume Kloroform. Selanjutnya dicuci dengan air lalu didestilasi dengan penambahan Kalsium Oksida padat. Kepada destilat yang diperoleh ditambahkan larutan Hidroksilamina Hidroklorida (0,5 % b/v), sebanyak kira-kira 1/5 bagian volume Kloroform, dan dikocok, pisahkan lapisan Kloroform, disaring mela-lui kertas saringan kering, tambahkan Etil-alkohol (99,5 % b/v), sebanyak kurang lebih 1/100 bagian volume Kloroform. Simpan dalam botol coklat, ditempat gelap dan dingin.

(m) Larutan standar induk Kadmium (0,1 mg Cd/mL)

Timbang teliti 0,100 g logam Kadmium (kemurnian minim 99,9 %), masukkan kedalam gelas piala 100 mL, tambahkan 20 mL air, 5 mL Asam Klorida dan 2 sampai 3 tetes Asam Nitrat, panaskan diatas penangas air sampai larut dan uapkan sampai kering.

Setelah dingin, residu dilarutkan dengan menambahkan 10 mL Asam Klorida, pindahkan kedalam labu ukur 1L, tambahkn air sampai tanda batas.

Larutan ini disimpan dalam botol polietilena.

(n) Larutan standar Kadmium (0,001 mg Cd/mL)

Pipet 10 mL tepat larutan standar induk Kadmium (0,1 mg Cd/mL), pindahkan kedalam labu ukur 1 L, tambahkan 10 mL Asam Klorida dan encerkan dengan air sampai tanda batas. Larutan harus dibuat setiap kali pemakaian.

(3) Perlengkapan dan peralatan

(a) Corong pisah, kapasitas 100 mL, 2 set.

(b) Fotometer

Spektro fotometer fotoelektris atau fotometer foto elektris.

Perlengkapan gelas untuk pengujian harus dicuci bersih sebelumnya dengan Asam Nitrat (1:2) hangat kemudian dengan air.

(4) Prosedur

Prosedur harus sebagai berikut:

(a) Timbang secara teliti 2 gram benda uji dengan ketelitian 0,1 mg, masukkan kedalam gelas piala 100 mL, tambahkan kira-kira 30 mL air dan 1 mL Asam Klorida, tutup gelas piala dengan kaca arloji, didihkan kira-kira 3 menit lalu biarkan dingin.

(b) Kedalam larutan, tambahkan 2 mL larutan di-Ammonium Sitrat (50 % b/v), teteskan larutan Natrium Hidroksida (20 % b/v) sampai warna larutan berubah menjadi kuning (nilai pH kira-kira 2,8), kemudian pindahkan ke corong pisah 100 mL pertama.

(c) Kepada larutan tersebut diatas, tambahkan 1 mL larutan Natrium Kalium Tartrat (25 % b/v), 5 mL larutan Natrium Hidroksida- Kalium Sianida (A) dan 1 mL larutan di-Hidroksilamina Hidroklorida (20 % b/v) dan campurkan hingga merata. Kemudian tambahkan 15 mL larutan pekat di-Tizona Kloroform, dikocok selama satu menit, lalu diamkan.

(d) Pindahkan lapisan khloroform yang terpisah ke corong pisah 100 mL yang kedua yang berisi 25 mL larutan Asam Tartarat (2 % b/v) yang sudah didinginkan. Kedalam corong pisah pertama, tambahkan 10 mL Kloroform redestilasi, kocok 1 menit dan diamkan. Pindahkan

lapisan Kloroform redistilasi kedalam corong pisah kedua⁷.

(e) Corong pisah kedua dikocok selama 2 menit, lalu diamkan, kemudian dikeluarkan lapisan khloroform yang terpisah, seterusnya tambahkan 5 mL khloroform suling, kocok selama satu menit dan dipisahkan lagi lapisan khloroform yang terpisah.

(f) Kedalam lapisan air dalam corong pisah, tambahkan 0,3 mL larutan Hidroksilamina Hidrokhlorida (20 % ^{b/v}), 5 mL larutan Natrium Hidroksida-Kalium Sianida (larutan B) dan secara teliti pipet 15 mL larutan encer di-Tizona Khloroform, secepatnya dikocok untuk penyampuran selama satu menit lalu diamkan.

(g) Saring lapisan Khloroform yang telah terpisah melalui corong yang pada kakinya diberi lapisan kapas penyerap air, lalu filtrat ditampung dalam tabung uji yang kering.

(h) Ambil sebagian dari larutan kedalam tabung spektrometer 10 mL, dan ukur angka serapan pada panjang gelombang sekitar 518 nm

(i) Mempersiapkan kurva kalibrasi

Ambil secara bertingkat 1,0 sampai 6,0 mL larutan standar Kadmium (0,01 mg Cd/mL), pindahkan setiap porsi kedalam gelas piala 100 mL. Tambahkan 1 mL Asam Klorida, encerkan dengan air sampai kira-kira 30 mL, ulangi prosedur seperti diberikan pada (b) sampai (h). Buat kurva kalibrasi dari hubungan antara kadar Kadmium dan angka serapan.

(5) Perhitungan

Dari kurva kalibrasi yang diperoleh melalui prosedur yang diberikan dalam (4) (i), tentukan kadar Kadmium (mg) sesuai dengan penyerapan yang diukur melalui prosedur yang diberikan dalam (4) (h), dan hitung kadar Kadmium (ppm) didalam benda uji menurut rumus berikut ini:

$$I = \frac{p}{S} \times 1000$$

dengan :

I adalah kadar kadmium dalam contoh uji (ppm)

p adalah berat kadmium dalam benda uji (mg)

S adalah berat benda uji (g)

Lanjutkan uji blanko meliputi seluruh prosedur dan koreksi hasilnya.

5.11.2. Fotometri serapan Atom

(1) Prinsip

Kadmium didalam benda uji dibuat senyawa khelat dengan penambahan Natrium di-Etil di-Tio Karbamat, diekstraksi dengan MIBK dan kadar Kadmium diukur melalui Spektrofotometri serapan Atom.

(2) Pereaksi

Pereaksi harus sesuai dengan 4.10.2 (2).

(3) Perlengkapan dan peralatan

Perlengkapan dan peralatan harus sesuai dengan 4.10.2. (3), kecuali yang tadinya menggunakan lampu katoda untuk mangan, tetapi disini menggunakan lampu katoda untuk kadmium.

⁷ Catatan7 Pengolahan ini dilaksanakan secepatnya dan lapisan air tidak boleh dibiarkan masuk kedalam corong pisah kedua.

(g) Larutan Kalium Sianida-Asam Sitrat Ammoniakal

Larutkan 10 g Kalium Sianida dan 10 g Asam Sitrat dalam 500 mL Ammonia dan encerkan dengan air sampai 1 L.⁹

(h) Karbon Tetra Klorida Redestilasi

Kedalam pada Karbon Tetra Klorida ditambahkan Asam Sulfat, sebanyak 5 %-volume Karbon Tetra Klorida, kocok, kemudian di diamkan, lalu dipisahkan lapisan Asam Sulfat. Ulangi prosedur ini sampai lapisan Asam Sulfat tidak lagi berwarna. Kemudian dicuci dengan air, dikocok dengan butir-butir Kalsium-Oksida dan kemudian didestilasi dengan membiarkan Kalsium Oksida tetap berada dalam larutan.

Kumpulkan destilat pada temperatur 77°C.

(i) Larutan pengawet di-Tizon Karbon Tetra Klorida (0,01 % b/v)

Ambil di-Tizon (di-Feniltiokarbazona) kedalam mortir agat, digerus menjadi tepung halus. Ambil 100 mg tepung, tambahkan 1 L Karbon Tetra Klorida redestilasi, biarkan selama 24 jam dengan sewaktu-waktu diaduk sampai larut sempurna.

(j) Larutan induk standar Timbal (1mg Pb/mL)

Timbang teliti 1,60 g Timbal-Nitrat, pindahkan kedalam gelas piala 200 mL dan larutkan dalam 100 mL air yang sebelumnya sudah ditambah 1 mL Asam Nitrat. Pindahkan larutan kedalam labu ukur 1 L dan tambah air sampai tanda batas.

(k) Larutan standar Timbal (0,002 mg Pb/mL)

Pipet 10 mL tepat larutan induk standar Timbal (1mg Pb/mL), pindahkan kedalam labu ukur 200 mL dan tambah air sampai tanda batas. Pipet teliti 10 mL dari labu, pindahkan kedalam labu ukur 250 mL dan tambah air sampai tanda batas. Larutan harus dipersiapkan setiap kali akan dipakai.

(3) Perlengkapan dan peralatan

(a) Corong pisah 100 mL, 200 mL

(b) Fotometer

Spektrofotometer fotoelektris atau fotometer fotoelektris.

Perlengkapan-perengkapan gelas untuk pengujian harus sesuai 4.11.1. (3)

(4) Prosedur

Prosedur harus sesuai seperti berikut:

(a) Timbang teliti 1 g benda uji sampai ketelitian 0,1 mg, masukkan kedalam gelas piala 200 mL, tambahkan kira-kira 50 mL air dan 1 mL Asam Nitrat, dididihkan 3 menit dan dinginkan.

(b) Setelah dingin, pindahkan kedalam corong pisah pertama ukuran 200 mL, tambahkan 10 mL larutan di-Ammonium Sitrat (50 % b/v), tambahkan beberapa tetes larutan Biru-timol (0,04% b/v), kemudian teteskan Ammonia sampai warna larutan berubah menjadi hijau botol pucat (pH 8,5 - 9,0).

(c) Kemudian tambahkan 2 mL larutan Hidroksil Amina - Hidro Klorida (30 % b/v) dan 4 mL larutan Kalium Sianida (10 % b/v) dan dikocok. Tambahkan 5 mL larutan pengawet di-Tizon Karbon Tetraklorida (0,01 % b/v), kocok selama 30 detik, diamkan dan kemudian pisahkan lapisan Karbon Tetra Klorida ke corong pisah kedua ukuran 100 mL.

karbon tetra khlorida timbul menjadi merah-ungu, larutan dapat digunakan sebagai adanya. kalau warna yang timbul merah-ungu, larutan harus dipersiapkan dari kalium sianida dengan kemurnian tinggi.

⁹ Catatan 9: Ambil sebagian larutan, dan diuji seperti prosedur dalam (f) mengenai larutan kalium sianida (10 b/v %).

(d) Tambahkan 5 mL larutan pengawet di-Tizon Karbon Tetrakhlorida (0,01 % b/v), kedalam corong pisah pertama, kocok selama 30 detik, biarkan sebentar dan pisahkan lapisan Karbon Tetrakhlorida kedalam corong pemisah kedua.

(e) Tambahkan 2 mL Asam Nitrat (1:12) dan 20 mL air kedalam corong pisah kedua, kocok yang kuat selama satu menit, diamkan, kemudian pisahkan lapisan Karbon Tetraklorida.

(f) Lapisan air diencerkan menjadi kira-kira 50 mL dengan air. Kedalam larutan tambahkan tepat 4 mL larutan Kalium Sianida-Asam Sitrat Ammoniakal dan 5 mL larutan pengawet di-Tizon Karbon Tetra Klorida (0,01 % b/v), kocok satu menit, diamkan dan ambil lapisan Karbon Tetra Klorida kedalam tabung reaksi¹⁰

(g) Ambil sebagian lapisan Karbon Tetra Klorida kedalam tabung spektrofotometer ukuran 10 mL, dan ukur serapan pada panjang gelombang kira-kira 510 nm.

(h) Persiapan kurva kalibrasi

Ambil secara bertingkat antara 1,0 sampai 8,0 mL larutan standar timbal (0,002 mg Pb/mL), masukkan kedalam gelas piala 200 mL, tambahkan kedalam setiap gelas piala, 1 mL Asam Nitrat dan air untuk pengencer menjadi kira-kira 50 mL. Lanjutkan seperti pada (b) sampai (g), buat kurva kalibrasi atas dasar hubungan antara Timbal dengan serapan.

(5) Perhitungan

Tentukan berat timbal (mg) sesuai dengan serapan, yang diukur melalui prosedur (4) (g) dari kurva kalibrasi sesuai prosedur (4) (h).

Hitung kadar timbal (mg) dalam benda uji menurut rumus berikut:

$$J = \frac{q}{S} \times 1000$$

dengan :

J adalah Kandungan timbal dalam contoh uji (ppm).

q adalah mg berat timbal dalam 10 mL benda uji (mg)

S adalah berat benda uji (g)

Lakukan pengulangan analisis blanko meliputi keseluruhan prosedur untuk koreksi hasil akhir.

5.12.2. Spektrofotometri Serapan Atom

(1) Prinsip

Timbal dalam benda uji dibuat senyawa khelat menggunakan Natrium di-Etil di- Tio Karbamat dan larutan diekstraksi dengan Metil Iso Butil Keton, tentukan kadar Timbal didalam ekstrak melalui spektrofotometri serapan atom.

(2) Pereaksi

Pereaksi harus seperti berikut:

(a) Larutan DDTC

Larutan sesuai dengan 4.10.2 (2) (d).

(b) Larutan di-Ammonium Sitrat (50 % b/v).

larutan sesuai dengan 4.10.2 (2) (e).

¹⁰ Catatan 10 : Apabila mengambil lapisan karbonat tetra khlorida untuk pengukuran, pertama-tama harus dibuang dulu sebagian kecil.

(c) Larutan Ammonium Sulfat (40 % b/v)

Larutan sesuai dengan 4.10.2 (2) (f).

(d) MIBK

MIBK sesuai pada 4.10.2 (2) (g).

(e) Larutan standar Timbal (0,01 mg Pb/mL)

Tuangkan kira-kira 300 mL Asam Nitrat (1:12) kedalam labu ukur, tambahkan 5 mL tepat larutan standar induk Timbal dari 4.12.1 (12) (j), kemudian tambah asam nitrat (1:12) sampai garis tanda.

(3) Perlengkapan dan peralatan

Perlengkapan dan peralatan harus mengikuti 4.10.2 (3)., kecuali lampu katoda untuk mangan, diganti dengan lampu katoda untuk Timbal.

Perlengkapan gelas untuk pengujian harus sesuai dengan 4.11.1 (3).

(4) Prosedur

Menggunakan lampu katoda untuk Timbal, ukur serapan pada panjang gelombang 283,3 μm sesuai dengan 4.10.2 (4) (a) sampai (d). Secara paralel, menggunakan larutan standar Timbal (0,01 mg Pb/mL), buat kurva kalibrasi atas dasar hubungan antara kandungan timbal dan serapan sesuai dengan 4.10.2. (4) (e).

(5) Perhitungan

Dapatkan mg berat timbal dari serapan yang diperoleh melalui prosedur (4) dan kurva kalibrasi. Hitung ppm kadar Timbal (ppm) didalam benda uji sesuai rumus 4.12.1 (5).

Lakukan pengulangan analisis blanko meliputi keseluruhan prosedur untuk koreksi hasil akhir.

5.13. Merkuri

5.13.1. Metode Analisa Spektrofotometri Serapan Atom

(1) Prinsip

Senyawa air raksa golongan organik maupun anorganik yang terdapat didalam benda uji dioksidasi menjadi ion merkuri menggunakan Kalium Permanganat dan kelebihan Kalium Permanganat dihilangkan dengan Hidroksil Amina-Hidrokhlorida, kemudian dilakukan ekstraksi dengan larutan di-Tizon-Karbon Tetra Klorida dalam keadaan asam dengan Asam Sulfat. Kedalam ekstrak ditambahkan Asam Klorida dan lakukan ekstraksi ulang. Atur pH lapisan air antara 4,8 - 5,5, ekstraksi kembali ion-merkuri dengan larutan di-Tizon-Karbon Tetra Klorida. Cuci kelebihan di-Tizon dengan Ammonia, kemudian kadar Merkuri dapat ditentukan dengan metode analisa spektrofotometri serapan atom.

(2) Pereaksi

(a) Asam Sulfat (1:1)

(b) Asam Klorida (1:1)

(c) Asam Nitrat

(d) Asam Nitrat (1:2)

(e) Ammonia (1:2)

(f) Ammonia (1:3)

(g) Air pencuci Ammoniakal

Tambahkan air pada 1 mL ammonia, encerkan menjadi 100 mL, dan tambahkan 5 mL larutan 0,1 EDTA.

(h) Kalium Permanganat

(i) Larutan Hidroksil Amina-Hidro Klorida (20 % b/v)

Larutkan 20 g Hidroksil Amina-Hidro Klorida dalam air sampai 100 mL. Larutan dipindahkan kedalam corong pisah 200 mL, tambahkan 10 mL larutan pekat di-Tizon Tetra Klorida, kocok, diamkan dan keluarkan lapisan Karbon Tetraklorida. Prosedur ini diulang beberapa kali, sampai akhirnya diperoleh larutan di-Tizon warna hijau tetap.

(j) Larutan Urea

Larutkan 20 g Urea dalam air sampai 100 mL. Murnikan dengan larutan pekat di-Tizona Karbon Tetra Klorida melalui prosedur seperti diberikan pada (i) tentang larutan Hidroksil Amina-Hidro Klorida.

(k) Larutan 0,1 EDTA

Larutkan 3,8 g garam di-Natrium Etilena di-Amina Tetra Asam Asetat 2 Hidrat dalam air menjadi 100 mL. Larutan dimurnikan dengan larutan pekat di-Tizona Karbon Tetra Klorida melalui proses sama seperti larutan Hidroksil Amina Hidro Klorida pada (i).

(l) Karbon Tetra Klorida Redestilasi

Larutan harus mengikuti ketentuan 4.12.1 (2) (h)

(m) Larutan pekat di-Tizona Karbon Tetra Klorida (0,005 % b/v)

Pipet tepat 100 mL larutan pengawet di-Tizona Karbon Tetra Klorida seperti dalam 4.12.1 (2) (i), kedalam labu ukur 200 mL dan tambahkan Karbon Tetra Klorida suling sampai tanda batas.

(n) Larutan di-Tizona Karbon Tetra Klorida (0,0005 % b/v)

Pipet tepat 50 mL larutan pekat di-Tizona Tetra Klorida kedalam labu ukur 500 mL dan tambahkan Karbon Tetra Klorida suling sampai garis tanda.

(o) Larutan Merah Fenol dalam Etilalkohol (0,1 % b/v)

Larutkan 0,1 g Merah-fenol dalam 20 mL Etilalkohol (95 % b/v) diencerkan dengan air sampai 100 mL.

(p) Larutan standar induk Merkuri (0,1 mg Hg/mL)

Timbang 0,135 g Merkuri Klorida, masukkan kedalam gelas piala 200 mL, larutkan dalam 10 mL Asam Nitrat dan kira-kira 90 mL air, pindahkan kedalam labu ukur 1 L. Lalu tambah air sampai tanda batas. Larutan disimpan dalam botol coklat.

(q) Larutan standar Merkuri (0,001 mg Hg/mL)

Pipet tepat 10 mL larutan standar induk Merkuri (0,1 mg Hg/mL), tuangkan kedalam labu ukur 1 L dan tambah air sampai garis tanda. Larutan dibuat setiap kali pemakaian.

(3) Perlengkapan dan peralatan

(a) Corong pisah

50 mL, 100 mL, 1 L.

(b) Kondensor refluks

Labu dasar bulat 1 L mulut asah, tabung pendingin, panjang tak kurang dari 30 cm.

(c) Batu-didih

Berukuran garis tengah antara 2-4 mm.

(d) Spektrofotometer

Spektrofotometer-fotoelektris atau fotometer-fotoelektris.

(e) Perlengkapan gelas untuk pengujian harus sesuai dengan 4.11.1.(3).

(4) Prosedur

(a) Timbang kira-kira 50 g benda uji sampai ketelitian 1,0 mg, masukkan kedalam labu dengan pendingin refluks, tambahkan 500 mL air, 60 mL Asam Nitrat dan 1 g Kalium

Permanganat. Aduk dengan digoyang, masukkan beberapa potong batu-didih lalu pasang pendingin refluks, panaskan sedikit demi sedikit dan biarkan mendidih selama 1 jam.

(b) Bila selama pendidihan terjadi kehilangan warna dari Kalium Permanganat ¹¹, turunkan temperatur sampai kira-kira 40°C, tambahkan 1 g Kalium Permanganat secepatnya. Didihkan kembali dan ulangi prosedur sampai warna Kalium Permanganat tetap ada selama 10 menit.

(c) Sesudah di didihkan selama 1 jam, dinginkan sampai temperatur larutan menjadi kira-kira 40 °C, labu dipisahkan dan ditetaskan larutan Hidroksil Amina Hidro Klorida (20 % ^{b/v}) sambil larutan terus diaduk sampai warna kalium permanganat menghilang, tambah beberapa tetes larutan Merah-Fenol dalam Etilalkohol (0,1 % ^{b/v}) dan ammonia (1:2) sampai warna larutan berubah menjadi merah sambil terus didinginkan.¹²

(d) Tambahkan 30 mL Asam Sulfat (1:1), 5 mL larutan Hidroksil Amina Hidroklorida (20 % ^{b/v}) dan 5 mL larutan urea (20 % ^{b/v}), kemudian pindahkan kedalam corong pisah 1 L. Kedalam larutan, tambahkan 20 mL larutan pekat di-Tizon Karbon Tetra Klorida (0,005 % ^{b/v}), dikocok selama 2 menit, lalu diamkan kemudian lapisan Karbon-Tetra Klorida dipindahkan kedalam corong pisah 100 mL yang lain.

(e) Kedalam lapisan air, ditambahkan 20 mL larutan pekat di-Tizona Karbon-Tetra Klorida (0,005 % ^{b/v}), kocok selama 2 menit, diamkan. Lapisan Karbon Tetra Klorida dipisahkan, satukan dengan larutan Karbon Tetra Klorida yang sudah ada dalam corong pemisah 100 mL, buang lapisan air.

(f) Tambahkan 20 mL air kepada lapisan Karbon Tetra Klorida, dikocok selama 30 detik untuk pencucian. Setelah didiamkan, lapisan Karbon Tetra Klorida dipisahkan kedalam corong pemisah 100 mL yang lain dan buang lapisan air .

(g) Tambahkan 100 mL Asam Klorida (1:1) kepada lapisan Karbon Tetra Klorida, kocok selama 30 menit dan diamkan. Kemudian lapisan Karbon Tetra Klorida dipisahkan kedalam corong pemisah 100 mL yang lain, dan simpan lapisan air.

(h) Kedalam lapisan Karbon Tetra Klorida, ditambahkan lagi 5 mL Asam Klorida (1:1), dan dikocok. Setelah didiamkan beberapa lama, pisahkan lapisan Karbon Tetra Klorida.

Lapisan air yang diperoleh disatukan dengan lapisan air terdahulu yang telah disimpan.

(i) Tambahkan air ke lapisan air yang terkumpul sampai menjadi 50 mL. Tambahkan kurang lebih 0,5 mL larutan Hidroksil Amina hidroklorida ((20 % ^{b/v}), 2 mL Asam Asetat (1:2), 1 mL larutan 0,1 M EDTA dan 10 mL Ammonia (1:2).

(j) Atur nilai pH larutan antara 4,8 sampai 5,5 dengan meneteskan Ammonia (1:3) secara hati-hati,¹³. Tambahkan tepat 10 mL larutan di-Tizona Karbon Tetra Klorida (0,0005 % ^{b/v}), dikocok kuat selama 2 menit, diamkan, lalu pindahkan lapisan Karbon Tetra Klorida kedalam corong pisah 50 mL dan buang lapisan air.

Pengukuran pH dapat menggunakan kertas Hijau Brom Kresol atau pH-meter.

(k) Tambahkan 10 mL air pencuci ammoniakal kedalam lapisan Karbon Tetra Klorida.

¹¹ Catatan 11: Bila terlihat ada endapan mangan dioksida, teruskan pendidihan tanpa penambahan kalium permanganat.

¹² Catatan 12: Bila ditetaskan larutan merah-fenol dalam alkohol dan warna larutan berubah menjadi merah, tambahkan ammonia (1+2) sampai warna menjadi kuning, lalu tambah ammonia (1+2) sampai warna berubah jadi merah kembali.

¹³ Catatan 13: Segera setelah larutan berubah jadi alkalis, pekerjaan tak dapat dilanjutkan, sebab itu penetetesan ammonia (1+3) dilakukan hati-hati.

Setelah dikocok kuat selama 30 detik dan kemudian dibiarkan, lapisan air dihisap dengan pipet atau pipet tetes. Ulangi prosedur ini, sampai air pencuci amoniakal tidak berwarna.

(l) Masukkan lapisan Karbon Tetra Klorida kedalam tabung serapan 10 mL, dan ukur serapan pada panjang gelombang kurang lebih 490 μm .

(m) Mempersiapkan kurva kalibrasi

Ambil secara bertingkat 1,0 sampai 15,0 mL larutan satandar merkuri (0,001 mg Hg/mL), masukkan masing-masing kedalam corong pisah 100 mL, tambahkan kedalam setiap corong 15 mL Asam Klorida (1:1), tambahkan air menjadi kira-kira 50 mL, tambahkan 0,5 mL larutan Hidroksil Amina Asam Klorida (20 % b/v), 2 mL Asam Asetat (1:2), 1 mL larutan 0,1 MEDTA dan 10 mL amonia (1:2), lanjutkan prosedur seperti diberikan pada (j) sampai (l) pada setiap corong. Buat kurva kalibrasi atas dasar hubungan antara kandungan merkuri dan serapan.

(5) Perhitungan

Tentukan mg kandungan merkuri sesuai dengan serapan yang diukur menurut prosedur yang diberikan dalam (4) (1) dari kurva kalibrasi yang dipersiapkan sesuai (4) (m). Hitung ppm kadar merkuri dalam benda uji menurut rumus:

$$K = \frac{r}{S} \times 1000$$

dengan :

K adalah Kadar merkuri dalam contoh uji (ppm)

r adalah Berat merkuri dalam benda uji (mg)

S adalah Berat benda uji (g)

Lakukan pengulangan analisis blanko meliputi keseluruhan prosedur untuk koreksi hasil akhir.

5.13.2. Spektrofotometri Serapan Atom

(1) Prinsip

Dengan penambahan Stanno Klorida kedalam benda uji, semua komponen merkuri akan tereduksi menjadi logam. Dengan melakukan aerasi, Tentukan kadar merkuri dari hasil serapan uap merkuri dengan menggunakan fotometer serapan atom, atau alat analisis merkuri lainnya.

(2) Pereaksi

(a) Asam Sulfat (1:3)

(b) Asam Nitrat

(c) Larutan Stanno Klorida

Tambahkan 60 mL Asam Sulfat (1:10) kepada 10 g Stanno Klorida 2 Hidrat dan larutkan. Encerkan dengan air sampai 100mL.

(d) Larutan Hidroksil Amina Hidro Klorida (20 % b/v)

Larutan harus sesuai dengan 4.13.1. (2) (i).

(e) Kalium Permanganat

(f) Larutan standar Merkuri (0,00005 mg Hg/mL)

Pipet 10 mL tepat larutan standar Merkuri (0,001 mg Hg/mL) seperti ditentukan dalam 4.13.1

(2) (q), masukkan kedalam labu ukur 200 mL dan tambah air sampai tanda batas.

Larutan harus disiapkan setiap akan dipakai.

(3) Perlengkapan dan peralatan

(a) Kondensor refluks

(a) Kondensor reflux

Kondensor reflux harus mengikuti 4.13.1 (3) (b), kecuali untuk labunya, menggunakan kapasitas 300 mL.

(b) Batu-didih

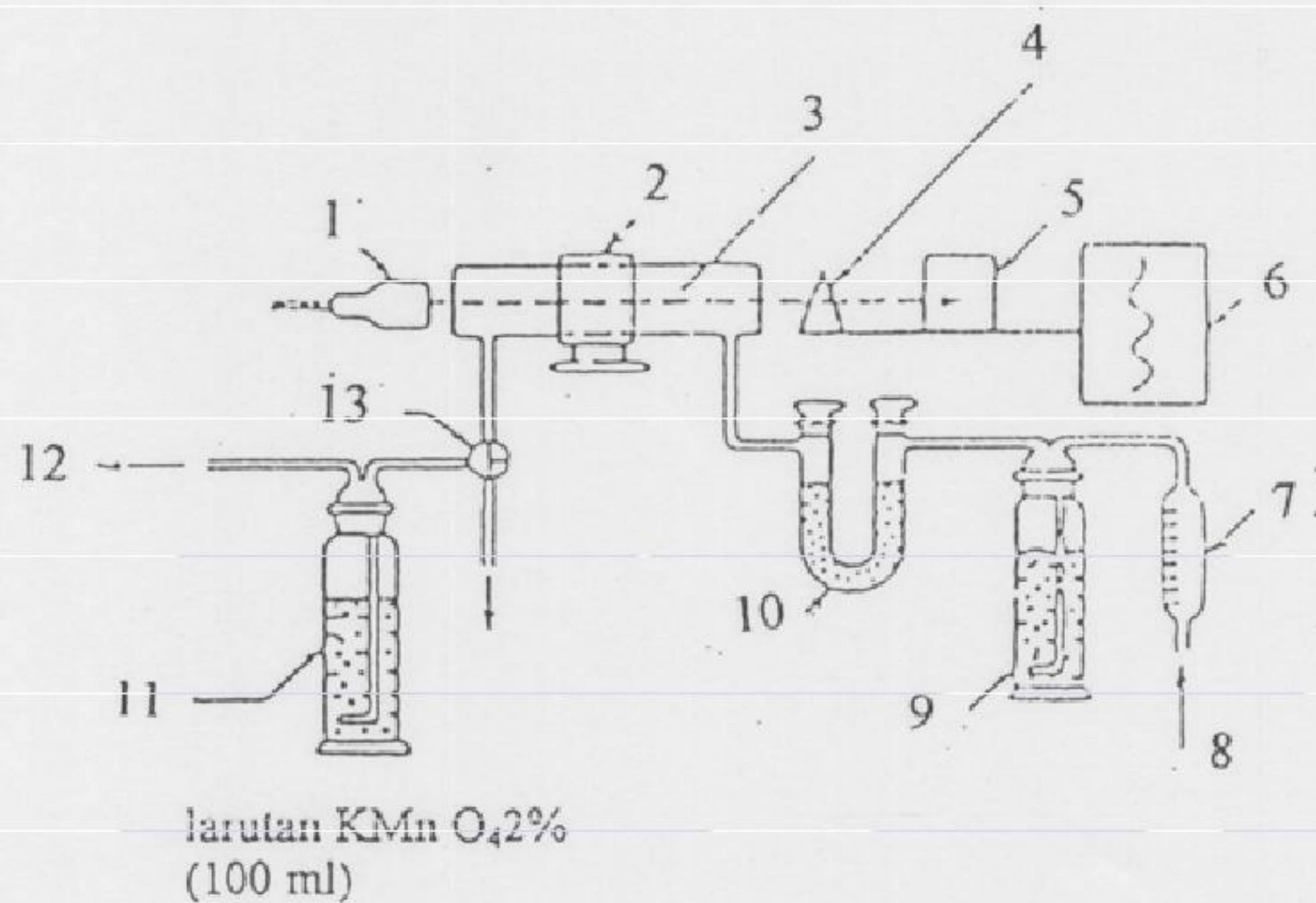
Batu didih mengikuti 4.13.1. (3)(c).

(c) Spektrofotometer serapan atom (termasuk sebuah lampu katoda merkuri) atau alat analisis merkuri lainnya.

(d) Alat reduksi dan penguap

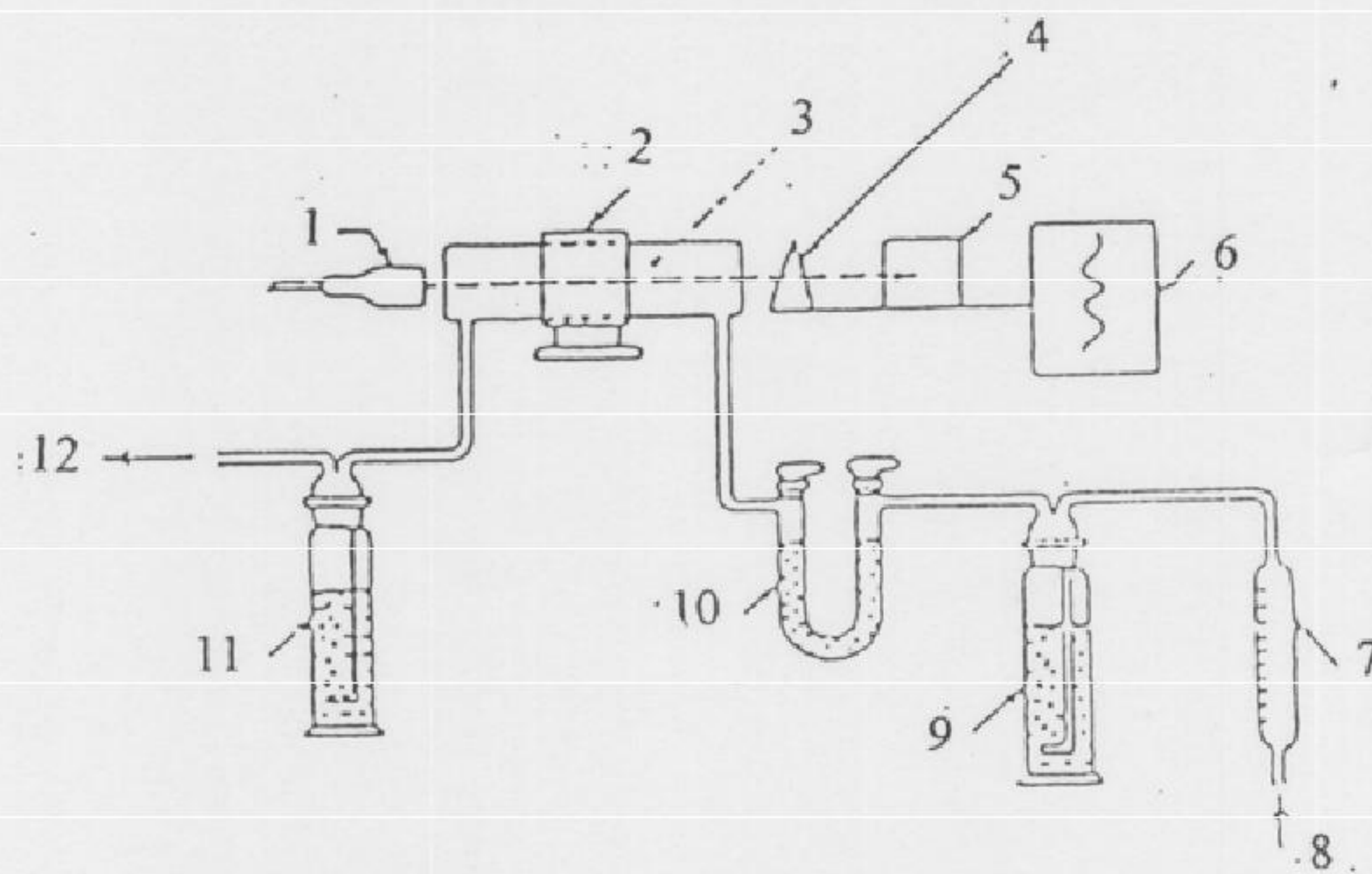
Alat harus dengan sistem sirkulasi atau sistem lubang angin terbuka.

Salah satu contoh dari padanya seperti kelihatan dalam gambar 2(a) dan gambar 2(b), dan gambar alir sambungan dalam gambar 3(a) dan gambar 3(b).



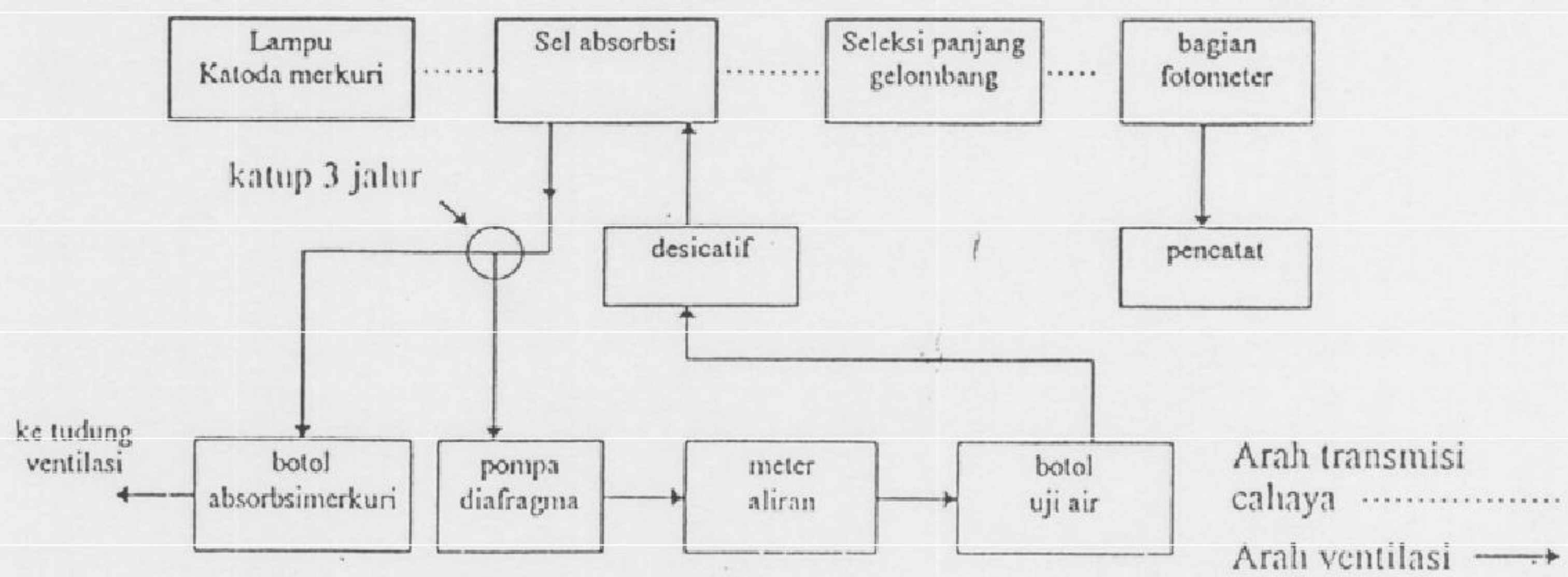
1. lampu katoda untuk merkuri
2. dudukan Sel
3. Sel absorpsi
4. bagian seleksi panjang gelombang
5. alat ukur foto
6. pencatat
7. meter aliran
8. dari pompa diaphragma
9. botol uji air
10. desikatif
11. botol serapan merkuri
12. ventilasi
13. katup 3 jalur

Gambar 2 (a)
Contoh alat reduksi, penguap dan sirkulasi



1. lampu katoda untuk merkuri
2. dudukan Sel
3. Sel absorpsi
4. bagian seleksi panjang gelombang
5. alat ukur foto
6. pencatat
7. meter aliran
8. dari pompa diaphragma
9. botol uji air
10. desikatif
11. botol serapan merkuri
12. ventilasi

Gambar 2 (b)
Contoh alat reduksi, penguap dan sirkulasi



Gambar 3 (a)
Diagram sambungan alat reduksi, penguap dan sirkulasi



Gambar 3 (b) :
Diagram sambungan alat reduksi, penguap dan pelepasan gas

Perhatian:

1. Pompa diafragma lebih cocok untuk kapasitas udara 0,5-3L/menit dan kecepatan bervariasi. Dalam hal pompa yang dibuat dari logam, akan menyerap merkuri, sebab itu bagian-bagian yang dapat berhubungan dengan uap-merkuri harus dicat dengan kolodion. Untuk sistem lubang angin terbuka, dapat digunakan udara kempa berpengatur tekanan.
2. Untuk pipa penyambung, lebih baik menggunakan pipa polivinil khlorida lentur dengan diameter dalam 8 mm. Pipa karet silikon atau pipa karet biasa tidak digunakan, karena dapat menyerap merkuri.
3. Untuk botol uji air, lebih cocok menggunakan botol pencuci gas 250 mL dengan pelat saringan kaca.
Botol-botol uji air untuk larutan contoh uji, larutan standar dan larutan uji blanko harus dalam bentuk ukuran yang sama. Untuk sistem lubang angin terbuka, dapat dipakai corong pisah 250 mL.
4. Untuk bahan pengisap air, tabung U diisi Magnesium Perkhlorat atau Kalsium Klorida, dengan bagian ujung diisi wol-kaca untuk khromatografi-gas.
Silika-gel atau Asam Sulfat pekat sebagai bahan pengisap air, dapat menyerap merkuri atau melepaskan merkuri yang telah terabsorpsi.
5. Untuk tabung spektrofotometer, dapat dipakai pipa gelas-silika atau pipa Polivinil Klorida, dengan diameter-dalam 20 sampai 30 mm, panjang masing-masing 100 sampai 300 mm, dengan kedua ujungnya melekat dengan pelat gelas silika.
Perlengkapan gelas untuk pengujian harus sesuai seperti pada 4.11.1 (3)

(4) Prosedur

Prosedur harus sesuai dengan aturan berikut:

- (a) Timbang 5 g benda uji sampai ketelitian 0,1 mg, masukkan kedalam labu dengan kondensor refluks, larutkan dengan 100 mL air, tambah 10 mL asam nitrat dan 1 g Kalium Permanganat, aduk, lalu masukkan beberapa butir batu-didih, sambungkan dengan kondensor refluks, panaskan perlahan-lahan dan biarkan mendidih 1 jam.
- (b) Selama mendidih, bila warna kalium permanganat hilang¹⁴, turunkan temperatur larutan sampai 40°C, kemudian tambahkan segera 1 g kalium permanganat, dididihkan kembali dan ulangi prosedur sampai warna kalium permanganat tidak berubah selama 10 menit atau lebih.
- (c) Sesudah mendidih selama 1 jam, dinginkan sampai 40°C, lepaskan labunya, teteskan larutan Hidroksil Amina Hidroklorida (20 % ^{w/v}) sambil terus diaduk sampai warna Kalium Permanganat hilang¹⁵, secepatnya pindahkan ke botol uji air pada alat penguap-reduksi, dan encerkan dengan air sampai 150 mL.
- (d) Tambahkan 10 mL Asam Sulfat (1:3), kocok, tambahkan 10 mL larutan Stanno-Klorida,

¹⁴ Catatan 14: Bila kelihatan endapan mangan dioksida, lanjutkan pendidihan seperti tanpa penambahan kalium permanganat

¹⁵ Catatan 15: Larutan hidroksil amina hidro khlorida (20 % ^{w/v}, %) harus ditetaskan sampai terjadi dekomposisi dari senyawa mangan dan tidak boleh berlebihan. Setelah hilang warnanya, cepat dikurangi dan diuapkan. Jika memerlukan waktu lama sesudah penghilangan warna sampai saat pengukuran, simpan larutan uji tanpa prosedur penghilangan warna dengan ditutup rapat.

pasang segera tutupnya dan hubungkan ke alat penguap-reduksi (untuk piston lubang angin terbuka, pasang keran pada setiap pipa lubang angin dari botol uji air, tambahkan 10 mL larutan Stanno Klorida, pasang tutupnya rapat-rapat, aduk kuat selama kurang lebih 2 menit. Sesudah uap merkuri dalam udara dari botol uji air telah mencapai keseimbangan, sambungkan alat lubang angin). Jalankan pompa diafragma, sirkulasi udara (untuk sistem lubang angin, alirkan udara), ukur serapan pada panjang gelombang 253,7 nm menggunakan lampu katoda merkuri, sesuai ketentuan yang berlaku.

(e) Persiapkan kurva kalibrasi

Ambil secara bertingkat antara 1,0 sampai 20,0 mL larutan standar merkuri (0,00005 mg Hg/mL), masukkan masing-masing ke botol-botol uji air pada alat penguap-reduksi, tambahkan air sampai kira-kira 150 mL, jalankan prosedur seperti diberikan pada (d), Buat kurva kalibrasi atas dasar hubungan antara kandungan merkuri dan serapan.

(5) Perhitungan

Tentukan mg berat merkuri setara dengan serapan, ukur melalui prosedur (4) (d) menggunakan kurva kalibrasi yang disiapkan pada (4) (e), dan hitung ppm kadar merkuri dalam benda uji sesuai rumus 4.13.1 (5).

Laksanakan pengujian blanko meliputi seluruh prosedur dan koreksi hasil-hasilnya.

5.14. Kromium

5.14.1. Prinsip

Kromium didalam contoh uji dioksidasi dengan Kalium Permanganat menjadi Kromium bervalensi-6. Sesudah reduksi dari kelebihan Kalium Permanganat, warna ditimbulkan melalui penambahan di-Fenilkarbazida dan kadar Kromium dapat ditentukan melalui analisa spektrofotometri.

5.14.2. Pereaksi

(1) Asam Sulfat (1:1)

(2) Asam Sulfat (1:17)

(3) Asam Nitrat

(4) Asam Fosfat (1:5)

(5) Larutan Kalium Permanganat (0,3 % b/v)

Larutkan 0,3 g Kalium Permanganat dalam air sampai 100 mL.

(6) Larutan natrium nitrit (10 % b/v)

Larutkan 10 g Natrium Nitrit dalam air sampai 100 mL. Larutan ini harus selalu dibuat segera bila akan dipergunakan.

(7) Larutan Urea (20 % b/v)

Larutkan 20 g Urea dalam air sampai 100 mL.

(8) Etil Alkohol (95 % b/v)

(9) Larutan di-Fenilkarbazida (1 % b/v)

Larutkan 1 g di-Fenilkarbazida dalam 50 mL Aseton dan tambahkan air sampai 100 mL.

Larutan dapat dipakai untuk batas waktu 1 minggu.

(10) Larutan standar induk Krom (0,1 mg Cr/mL)

Simpanlah Kalium Perkromat digerus dalam mortir agat sampai halus, keringkan selama 3 - 4 jam pada temperatur 105-110°C dan biarkan dingin dalam eksikator-Asam Sulfat. Timbang

teliti 0,283 g pereaksi ini, masukkan dalam gelas piala 100 mL, larutkan dalam sejumlah kecil air lalu masukkan kedalam labu ukur 1 L dan tambahkan air sampai tanda batas.

(11) Larutan standar Krom (0,01 mg Cr/mL)

Pipet tepat 10 mL larutan standar induk Krom (0,1 mg Cr/mL) kedalam labu ukur 100 mL dan tambahkan air sampai tanda batas. Larutan ini harus selalu dibuat segera bila akan dipergunakan.

5.14.3 Peralatan

Fotometer fotoelektrik.

5.14.4. Prosedur

(1) Timbang teliti sekitar 10 g benda uji dengan ketelitian sampai 0,1 mg, masukkan kedalam gelas piala 300 mL, tambahkan 15 mL Asam Sulfat (1:1) dan 0,5 mL Etil alkohol (95 % v/v), dan panaskan pada penangas air selama 1 jam.

Setelah didinginkan, tambahkan 2,5 mL Asam Nitrat dan panaskan perlahan-lahan dalam penangas pasir, dan hentikan pemanasan jika isinya kelihatan mulai hampir kering dengan timbulnya asap putih.

(2) Setelah dingin tambahkan 10-20 mL air secara hati-hati dan larutkan kemudian panaskan kembali pada penangas pasir, dan pemanasan dihentikan bila isinya kelihatan hampir kering dengan timbulnya asap putih.

Ulangi prosedur ini sekali lagi.

(3) Sesudah dingin tambahkan 50 mL air dan 20 mL Asam Sulfat (1:17), didihkan, lalu dinginkan, masukkan kedalam labu ukur 100 mL, dan tambah air sampai tanda batas. Bila kelihatan ada tanda kekeruhan, larutan disaring.

(4) Pipet tepat 25 mL larutan ini, masukkan kedalam gelas piala 100 mL, beri warna dengan menambahkan 2-3 mL Kalium Permanganat (0,3 % b/v) dan didihkan selama 5 menit.

(5) Bila warna hilang, lanjutkan penetesan larutan Kalium Permanganat. Bila warna tidak hilang selama 5 menit pemanasan, tambahkan 10 mL larutan urea (20 % b/v) kedalam larutan, dan sambil digoyang terus, teteskan larutan Natrium Nitrit (10 % b/v) sampai warna merah-pucat hilang.¹⁶

(6) Tambahkan 0,5 mL Asam Fosfat (1:5) kedalam larutan, didihkan, dan setelah dingin, masukkan kedalam labu ukur 50 mL, tambahkan 1 mL larutan di-Fenil-Karbazida (1 % b/v), lalu tambah air sampai tanda batas, dan diamkan selama 5 menit.

(7) Ambil sebagian dan masukkan kedalam tabung spektrofotometer 10 mL, ukur serapan pada panjang gelombang kurang lebih 540 nm.

(8) Persiapan kurva kalibrasi

Ambil secara bertingkat antara 1,0 sampai 5,0 mL larutan standar Krom (0,01 mg Cr/mL), masukkan masing-masing kedalam gelas piala 100 mL, tambahkan kurang lebih 25 mL air, beri warna dengan menambahkan 5 mL Asam Sulfat (1:17) dan 2-3 mL larutan Kalium Permanganat (0,3 % b/v) kedalam setiap gelas piala. Panaskan selama 5 menit. Laksanakan prosedur seperti pada (5) sampai (7), Buat kurva kalibrasi atas dasar hubungan antara kadar Krom dan nilai serapan.

¹⁶ Catatan 16: waktu penetesan, harus diperhatikan agar tidak kelebihan larutan natrium nitrit.

Lampiran A**Daftar Nama dan Lembaga**

1) Pemrakarsa :
Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Permukiman, Badan Penelitian dan Pengembangan Permukiman dan Pengembangan Wilayah

2) Penyusun :

NO.	N A M A	LEMBAGA
1.	Ir. M. Nasroen Rivai	Puslitbang Teknologi Permukiman





BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id